

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-221227

(43)Date of publication of application : 21.08.1998

(51)Int.Cl.

G01N 1/28

G01N 1/32

H01J 37/20

(21)Application number : 09-023075

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRON CORP

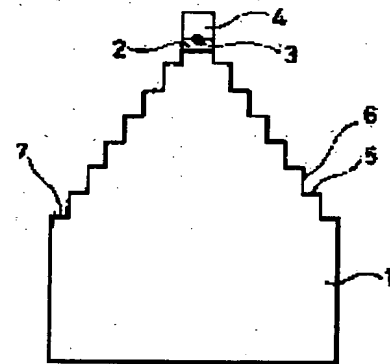
(22)Date of filing : 06.02.1997

(72)Inventor : ETO RYUJI

(54) SAMPLE FOR TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE AND METHOD FOR PREPARING SAMPLE**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare a sample in thin form easily and quickly in the condition that the damage of a place to undergo a section observation remains lesser.

SOLUTION: A place to undergo a section observation 3 made by a transmission electron microscope is provided in a semiconductor device pattern 2 formed on a Si substrate 1. Centering on this place to be observed 3, a notch in stepped shape symmetrical to the left and right is formed using a dicing saw in the peripheral part of the place 3, followed by cutting out to provide a sample for observation. Then the extreme periphery of the place 3 is subjected to a sputter etching process to generate a thin form by means of low angle ion beam irradiation in which Ar is used as ion seed.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-221227

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月21日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

G 0 1 N 1/28

G 0 1 N 1/28

G

1/32

1/32

B

H 0 1 J 37/20

H 0 1 J 37/20

A

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-23075

(22) 出願日 平成9年(1997) 2月6日

(71) 出願人 000005843

松下電子工業株式会社

大阪府高槻市幸町1番1号

(72) 発明者 江藤 竜二

大阪府高槻市幸町1番1号 松下電子工業株式会社内

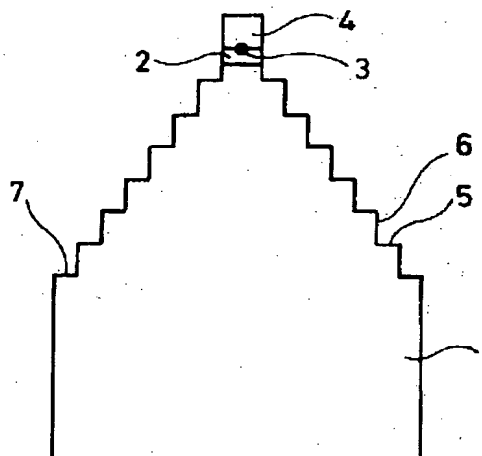
(74) 代理人 弁理士 森本 義弘

(54) 【発明の名称】 透過電子顕微鏡用試料およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 容易にかつ短時間でしかも断面観察箇所へのダメージの少ない状態で薄片化が可能な、透過電子顕微鏡用試料およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 S i 基板 1 上に形成された半導体デバイスパターン 2 内に透過電子顕微鏡による断面観察箇所 3 がある。この断面観察箇所 3 を中心として、断面観察箇所 3 の周辺部に左右対称に階段式形状となる切り込みをダイシングソー装置を用いた加工により形成しつつ、断面観察用試料を切り出す。その後、A r をイオン種とした低角度のイオンビーム照射により、断面観察箇所 3 の極周辺部をスパッタエッチングして薄片化させる。



- 1...S i 基板
- 2...半導体デバイスパターン
- 3...断面観察箇所
- 4...表面保護用ガラス

【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコン基板上に半導体デバイスパターンが形成されるとともに、透過電子顕微鏡によって観察される断面観察箇所が前記半導体デバイスパターン内に設けられた透過電子顕微鏡用試料であって、前記断面観察箇所の周辺に、試料表面に対し傾斜した階段式形状の傾斜部が形成されていることを特徴とする透過電子顕微鏡用試料。

【請求項2】 半導体デバイスパターンが表面保護用ガラスで覆われていることを特徴とする請求項1記載の透過電子顕微鏡用試料。

【請求項3】 階段式形状の傾斜部は、試料をその法線と直交する方向の中心軸の回りに回転させたときに、その回転時の全周にわたって、前記法線に対し角度を有した方向から断面観察箇所へイオンビームを照射可能なように形成されていることを特徴とする請求項1または2記載の透過電子顕微鏡用試料。

【請求項4】 シリコン基板上に半導体デバイスパターンが形成されるとともに、透過電子顕微鏡によって観察される断面観察箇所が前記半導体デバイスパターン内に設けられた透過電子顕微鏡用試料を製造するに際し、前記断面観察箇所の周辺に、試料表面に対し傾斜した階段式形状の傾斜部を形成することを特徴とする透過電子顕微鏡用試料の製造方法。

【請求項5】 傾斜部の形成のための加工を、材料からの試料の切り出し加工と並行して行うことを特徴とする請求項4記載の透過電子顕微鏡用試料の製造方法。

【請求項6】 試料は平面視において長形状であり、この長形状の試料の短辺を試料底部に一定の厚さを残存させた状態で切り出したうえで、傾斜部の形成のための加工を施し、その後に試料の長辺を完全に材料から切り出すことを特徴とする請求項4または5記載の透過電子顕微鏡用試料の製造方法。

【請求項7】 半導体デバイスパターンを表面保護用ガラスで覆ったうえで、この表面保護用ガラスとともに傾斜部の加工を行うことを特徴とする請求項4から6までのいずれか1項記載の透過電子顕微鏡用試料の製造方法。

【請求項8】 ダイシングソー装置を用いて傾斜部の加工を行うことを特徴とする請求項4から7までのいずれか1項記載の透過電子顕微鏡用試料の製造方法。

【請求項9】 階段式形状の傾斜部が形成された試料をその法線と直交する方向の中心軸の回りに回転させながら、その回転時の全周にわたって、前記法線に対し角度を有した方向から断面観察箇所へイオンビームを照射することで、断面観察箇所の極周辺部を取り除くことを特徴とする請求項4から8までのいずれか1項記載の透過電子顕微鏡用試料の製造方法。

【請求項10】 イオンビームのイオン種がArであることを特徴とする請求項9記載の透過電子顕微鏡用試料

の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、透過電子顕微鏡用試料およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、半導体デバイスのパターンの微細化に伴い、その半導体デバイスの特定微小部を透過型電子顕微鏡（以下、TEMと略す）によって観察し評価する技術の重要性が高まっている。しかし、TEMによって特定微小部を観察するには、特定微小部を0.3μm以下の厚さまで薄片化しなければならず、その作業は非常に困難である。

【0003】 そこで、従来では、この問題を解決する方法として、ダイシングソー装置による機械的加工と、集束イオンビーム（以下、FIBと略す）加工装置によるスパッタエッチング加工とを併用して、断面観察用試料を作製し、特定微小部をTEM観察する方法が最も一般的である。

【0004】 以下、図面を参照しながら、前記した従来のダイシングソー装置およびFIB加工装置を用いた断面観察用試料の作製方法について説明する。図11～図15には、ダイシングソー装置を用いた断面観察用試料の作製方法が、図16には、ダイシングソー装置で加工された試料のFIB加工装置での加工のための配置が、図17には、作成された試料をTEM観察するための配置が、それぞれ斜視図で示されている。

【0005】 図11に示すように、矩形状のシリコン（以下、Siと略す）基板1上には半導体デバイスパターン2が形成されており、この半導体デバイスパターン2内にはTEMによって観察する断面観察箇所3が印されている。試料の作成に際しては、まず、このように構成されたSi基板1を、図12に示すように、Si系のダミーチップ13上に固定する。次に、図13に示すように、ダイシングソー装置を用い、断面観察箇所3の周辺部を削り落とすための一対の平行な切り込み18を加工する。さらに、図14に示すように、切り込み18の横に、ダミーチップ13まで切り込める深さで、TEM試料を切り出すための切り込み19を加工する。そして、図15に示すように、切り込み18、19と直角な方向に一対の切り込み20を加工し、断面観察箇所3を含んだTEM試料を完全に切り出す。その後、図16に示すような構成となるように、断面観察箇所3の極周辺部をFIBのGaをイオン種としたイオンビーム21によりスパッタエッチングする。

【0006】 上記方法で作製した試料を、図17に示すようにグリッド8上においてTEMによる断面観察が可能な状態に配置し、この試料の断面観察箇所3にTEMの電子銃から透過電子線17を照射し、透過させることによって観察する。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら上記のような従来の断面観察用試料の作製方法では、断面観察箇所3の極周辺部をGaをイオン種としたイオンビーム21で取り除くため、多大な時間と、作業者の熟練度と、FIB加工装置を安定稼働状態に維持することが必要不可欠である。このため、TEM試料の作製のための費用が増大するという欠点と、Gaをイオン種としたスパッタエッチングにより断面観察箇所3がダメージを受けるという欠点とがある。

【0008】上記課題について鑑み、本発明の目的は、容易にかつ短時間でしかも観察箇所へのダメージが少ない状態で薄片化が可能な、透過電子顕微鏡用試料およびその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため本発明は、断面観察箇所の周辺に、試料表面に対し傾斜した階段式形状の傾斜部を形成したものである。

【0010】これによれば、透過電子顕微鏡用試料の切り出しのための加工と、断面観察箇所の周辺に傾斜部を形成する工程とを並行して行うことが可能となり、容易にかつ短時間で試料を製造できる。また傾斜部を形成したことから、Arをイオン種としたイオンビームによって、断面観察箇所の極周辺部を小さい角度でスパッタエッチングして断面観察箇所を薄片化することができ、したがって観察箇所へのダメージが少ない状態で薄片化が可能となる。

【0011】

【発明の実施の形態】請求項1に記載の発明は、シリコン基板上に半導体デバイスパターンが形成されるとともに、透過電子顕微鏡によって観察される断面観察箇所が前記半導体デバイスパターン内に設けられた透過電子顕微鏡用試料において、前記断面観察箇所の周辺に、試料表面に対し傾斜した階段式形状の傾斜部が形成されているようにしたものである。

【0012】これによれば、透過電子顕微鏡用試料の切り出しのための加工と、断面観察箇所の周辺に傾斜部を形成する工程とを並行して行うことが可能となり、したがって容易にかつ短時間で試料を製造でき、また傾斜部を形成したことから、Arをイオン種としたイオンビームによって、断面観察箇所の極周辺部を小さい角度でスパッタエッチングして断面観察箇所を薄片化することができ、したがって、安価で、しかも観察箇所へのダメージが少ない状態で薄片化が可能となる。

【0013】請求項2に記載の発明は、半導体デバイスパターンが表面保護用ガラスで覆われているようにしたものである。これによれば、半導体デバイスパターンの表面が確実に保護されることになる。

【0014】請求項3に記載の発明は、階段式形状の傾斜部が、試料をその法線と直交する方向の中心軸の回り

に回転させたときに、その回転時の全周にわたって、前記法線に対し角度を有した方向から断面観察箇所へイオンビームを照射可能のように形成されているようにしたものである。

【0015】これによれば、Arをイオン種としたイオンビームを試料の回転時の全周にわたってこの試料の法線に対し小さな角度で照射でき、これによるスパッタエッチングが可能となるため、従来のFIB装置を用いた加工よりも明らかに安価なスパッタエッチング装置を用いることで、試料製造のための費用を低減することができ、またダメージの少ない試料を製造することができる。

【0016】請求項4に記載の発明は、シリコン基板上に半導体デバイスパターンが形成されるとともに、透過電子顕微鏡によって観察される断面観察箇所が前記半導体デバイスパターン内に設けられた透過電子顕微鏡用試料を製造するに際し、前記断面観察箇所の周辺に、試料表面に対し傾斜した階段式形状の傾斜部を形成するものである。

【0017】こうすると、透過電子顕微鏡用試料の切り出しのための加工と、断面観察箇所の周辺に傾斜部を形成する工程とを並行して行うことが可能となり、したがって容易にかつ短時間で試料を製造でき、また傾斜部を形成したことから、Arをイオン種としたイオンビームによって、断面観察箇所の極周辺部を小さい角度でスパッタエッチングして断面観察箇所を薄片化することができ、したがって、安価で、しかも観察箇所へのダメージが少ない状態での薄片化が可能となる。

【0018】請求項5に記載の発明は、傾斜部の形成のための加工を、材料からの試料の切り出し加工と並行して行うものである。こうすると、容易にかつ短時間で試料が製造されることになる。

【0019】請求項6に記載の発明は、試料が平面視において長方形であり、この長方形の試料の短辺を試料底部に一定の厚さを残存させた状態で切り出したうえで、傾斜部の形成のための加工を施し、その後に試料の長辺を完全に材料から切り出すものである。

【0020】このように試料底部に一定の厚さを残存させた状態で試料の短辺を切り出すことで、加工中の試料の脱落が防止される。

【0021】請求項7に記載の発明は、半導体デバイスパターンを表面保護用ガラスで覆ったうえで、この表面保護用ガラスとともに傾斜部の加工を行うものである。こうすると、加工の際に試料表面に欠損が生じることが防止される。また、Arをイオン種としたイオンビームによって断面観察箇所の極周辺部を小さい角度でスパッタエッチングして断面観察箇所を薄片化する際の試料表面のダメージが防止される。

【0022】請求項8に記載の発明は、ダイシングソー装置を用いて傾斜部の加工を行うものである。こうする

10

20

30

40

50

と、試料の切り出しのための加工と断面観察箇所の周辺に傾斜部を形成する工程とを並行して行うことを、具体的に実現することが可能となる。

【0023】請求項9記載の発明は、階段式形状の傾斜部が形成された試料をその法線と直交する方向の中心軸の回りに回転させながら、その回転時の全周にわたって、前記法線に対し角度を有した方向から断面観察箇所へイオンビームを照射することで、断面観察箇所の極周辺部を取り除くものである。

【0024】こうすると、Arをイオン種としたイオンビームを傾斜部に沿って小さな角度で照射することができ、したがって断面観察箇所の極周辺部を小さい角度でスパッタエッチングして断面観察箇所を薄片化することができる。

【0025】請求項10記載の発明は、イオンビームのイオン種がArであるようにするものである。こうすると、Arをイオン種としたスパッタエッチングが可能となり、短時間かつ容易に試料を製造でき、しかも従来のFIB装置よりも安価なスパッタエッチング装置を用いることで試料を低コストで製造することができる。

【0026】以下、本発明にもとづくTEM用試料の実施の形態について、図面を参照しながら説明する。図1は、ダイシングソー装置を用いて作製した、本発明にもとづくTEM試料の断面図を示す。ここで、Si基板1上に半導体デバイスパターン2が形成され、この半導体デバイスパターン2内に断面観察箇所3が印されている。この断面観察箇所3を含む半導体デバイスパターン2上には、エポキシ樹脂によって、非常に薄い表面保護用ガラス4（カバーガラスなど）が固定されている。Si基板1は、断面観察箇所3が記された半導体デバイスパターン2の部分を頂点として、その両側が傾斜した構成の対称な階段式の形状に加工されている。5は階段式形状の平坦部を示す面、6は階段式形状の高さを示す面、7は階段式形状の最下段の平坦部を示す面である。

【0027】この階段式の形状は、たとえばダイシングソー装置による加工で形成することができる。各部の寸法を説明すると、それぞれの階段式形状の平坦部5、7は6 μ m、階段式形状の高さ6は30 μ mとされている。断面観察箇所3を含む階段形状最頂部のみ、横幅10 μ mとされ、その高さは、30 μ mに表面保護用ガラス4の厚さを加えた寸法とされている。階段式形状の平坦部5、7は、最頂部の表面保護用ガラス4の表面部分を除くと7段である。試料形状は、上述のように断面観察箇所3を中心に左右対称とされ、また半導体デバイスパターン2の表面から階段式形状の最下段の平坦部7までの高さは210 μ mとされ、この高さは、表面保護用ガラス4を除いた試料全体の高さの約1/3（6インチウェハの場合）とされている。

【0028】ダイシングソー装置により上記加工を施した後、得られたTEM用試料は図2に示すように単孔

グリッド8に横向きに固定され、半導体デバイスパターン2の表面の法線Nに対し垂直かつ断面観察箇所3に対応した中心軸9を中心として、回転可能とされる。10はArをイオン種としたイオンガンで、TEM用試料の階段式形状に沿った斜め方向にイオンビーム11を照射する。12は、法線Nに対するイオンビーム11の入射角度である。このようにして、イオンガン10から照射されるイオンビーム11により、半導体デバイスパターン2における断面観察箇所3の極周辺部をスパッタエッチング可能となる。

【0029】なお、図1に示される断面観察箇所3の周辺部の階段式形状についての上述の各数値は、図2に示されるイオンビーム11の入射角度12が断面観察試料の法線Nに対し12度であるときに、三角関数により求められる数値である。

【0030】なお、上記においては、Arをイオン種としたスパッタエッチングでのイオンビームの入射角度12を12度とした場合にもとづいて階段式形状の各数値の算出を行ったが、試料材料やイオン種、イオンガンと試料位置との構成の違いによるスパッタエッチング速度を考慮し、必要に応じた数値を用いても同様の効果が得られることはいうまでもない。

【0031】以下、上述のTEM試料をダイシングソー装置を用いて作製する方法について、図面を参照しながら説明する。図3～10は、ダイシングソー装置を用いた加工の工程手順を示す。

【0032】図3には断面観察用試料を作成するための材料の一例が示されており、その構成は図11のものと同一である。すなわち、矩形のSi基板1上に半導体デバイスパターン2が形成され、この半導体デバイスパターン2内に断面観察箇所3が印されている。

【0033】まず、図4に示すように、この断面観察箇所3を含む半導体デバイスパターン2上にエポキシ樹脂で表面保護用ガラス4を固定する。この表面保護用ガラス4は、ダイシングソー装置による加工の際に発生する試料表面の欠損と、Arをイオン種としたスパッタエッチングの際の試料表面のダメージとを防ぐために必要である。次に、このようにして加工された試料を図5のようにダミーチップ13上に固定し、さらにダイシングソー装置の試料テーブル上に固定する。

【0034】そして、図6に示すように、断面観察箇所3を中心として2.5mm間隔で一對の切り込み溝14を形成する。このときの切り込み溝14の深さは、Si基板1とダミーチップ13との境目より50 μ m程度上方までとする。すなわち、Si基板1の底部に50 μ m程度の厚みを残した状態で切り込み溝14を形成する。これは、長方形となるTEM用試料の幅を従来のダイシングソー装置を用いた加工に比べ1/2から1/3まで狭める必要があることから、Si基板1とダミーチップ13との接着面積が減少してTEM用試料が脱落し易く

なるため、TEM用試料とダミーチップ13との接着耐久性を向上させることを目的とするためである。50 μ m以上ではダミーチップ13からの試料の取り外しの際に破損しやすく、また50 μ m以下ではTEM用試料の脱落が発生しやすくなる。

【0035】次に、図7に示すように、上述のように2.5mm間隔で加工された切り込み溝14に対し90度の方向に、断面観察箇所3を中心に10 μ m間隔で一对の切り込み溝15を加工する。切り込み溝15の深さは、半導体デバイスパターン2の表面から30 μ mとする。

【0036】さらに、図8に示すように、階段状の切り込み加工を行う。詳細には、切り込み溝15に続いて、断面観察箇所3から左右に離れた方向に、それぞれ切り込み溝15に平行に6 μ mの幅で、半導体デバイスパターン2の表面から60 μ mの深さまで、一对の切り込み溝を形成する。そして、これを切り込み回数1回と設定し、同様の切り込み溝を、溝幅をそれぞれ6 μ mとするとともに溝深さを30 μ mずつ増大させて、切り込み溝15を含んで合計7回繰り返す。7回目の切り込み深さは、半導体デバイスパターン2の表面から210 μ mとなる。

【0037】最後に、図9のように、前記7回目の切り込み位置の両側に、Si基板1とダミーチップ13との境目よりも50 μ m下方の位置まで、すなわちダミーチップ13の内部に入り込んだ位置まで、切り込み溝16を形成する。

【0038】上記ダイシングソー装置を用いた加工により、図1に示すような階段式形状を有するTEM用試料を加工可能である。このようにして作製したTEM用試料をダミーチップ13から取り外し、図2に示すような構成で、Arをイオン種としたスパッタエッチングにより断面観察箇所3を中心として薄片化する。そして、図10に示すような構成で、TEMによる断面観察が可能な状態に配置し、この試料の断面観察箇所3にTEMの電子銃から透過電子線17を照射し、透過することによって、TEM観察を行う。

【0039】ここでは、図1に示されるTEM試料の階段式形状についての各数値に対応させて、ダイシングソー装置による各切り込み溝の位置と深さとの数値の算出に、Arをイオン種としたスパッタエッチングでのイオンビーム11の入射角度12を12度とした場合を適用したが、同様に、試料材料やイオン種、イオンガンと試料位置との構成の違いによるスパッタエッチング速度を考慮し、必要に応じた数値を用いても同様の効果が得られることはいうまでもない。

【0040】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、断面観察箇所の周辺に、試料表面に対し傾斜した階段式形状の傾斜部を形成したため、透過電子顕微鏡用試料の切り出し

のための加工と、断面観察箇所の周辺に傾斜部を形成する工程とを並行して行うことが可能となり、したがって容易にかつ短時間で試料を製造できるのみならず、傾斜部を形成したことから、Arをイオン種としたイオンビームによって、断面観察箇所の極周辺部を小さい角度でスパッタエッチングして断面観察箇所を薄片化することができ、したがって、この点によっても短時間かつ容易に試料を製造でき、従来のFIB装置よりも明らかに安価なスパッタエッチング装置を用いることでTEM試料の製造コストを低減することができ、しかもArをイオン種としたイオンビームによって、スパッタエッチングによるダメージの少ない最適なTEM試料を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態の透過電子顕微鏡用試料を示す断面図である。

【図2】図1の透過電子顕微鏡用試料とイオンビームによるスパッタエッチング加工との関係を示す配置図である。

【図3】図1の試料を製造するための材料の斜視図である。

【図4】同試料を製造するための工程を説明する斜視図である。

【図5】図4の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図6】図5の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図7】図6の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図8】図7の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図9】図8の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図10】本発明の断面観察試料と透過電子顕微鏡の電子線との関係を示す配置図である。

【図11】従来の断面観察用試料を製造するための材料の斜視図である。

【図12】同試料を製造するための工程を説明する斜視図である。

【図13】図12の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図14】図13の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図15】図14の次の段階の工程を説明する斜視図である。

【図16】図15の次の段階の工程を説明する斜視図である。

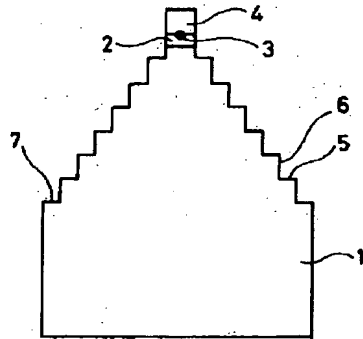
【図17】従来の断面観察試料と透過電子顕微鏡の電子線との関係を示す配置図である。

【符号の説明】

- 1 Si基板
2 半導体デバイスパターン

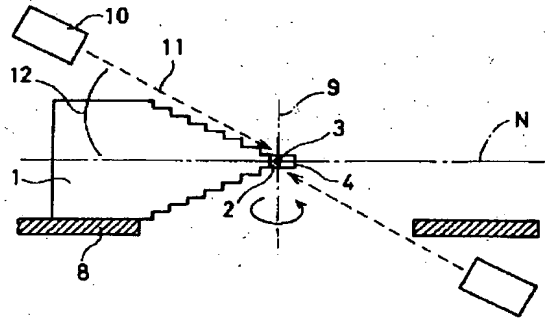
- * 3 断面観察箇所
* 4 表面保護用ガラス

【図1】

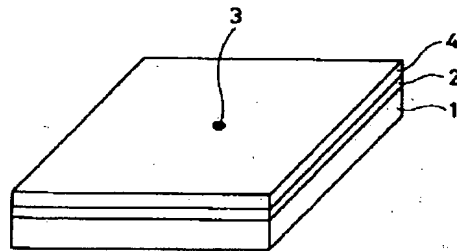


- 1...Si基板
2...半導体デバイスパターン
3...断面観察箇所
4...表面保護用ガラス

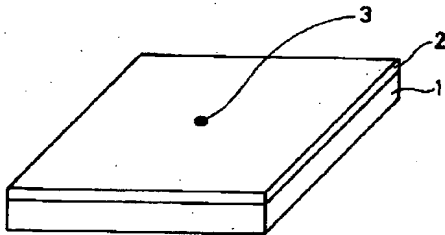
【図2】



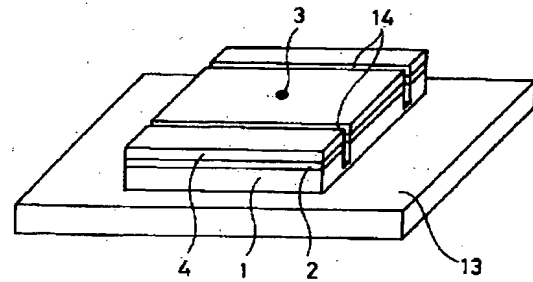
【図4】



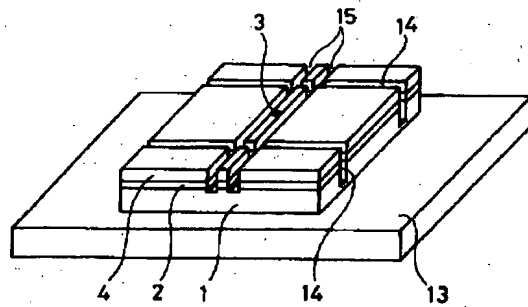
【図3】



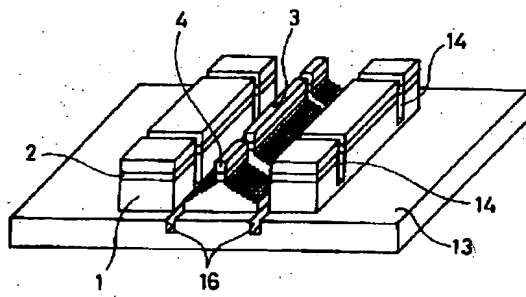
【図6】



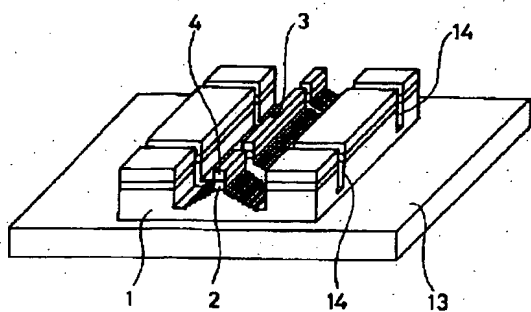
【図7】



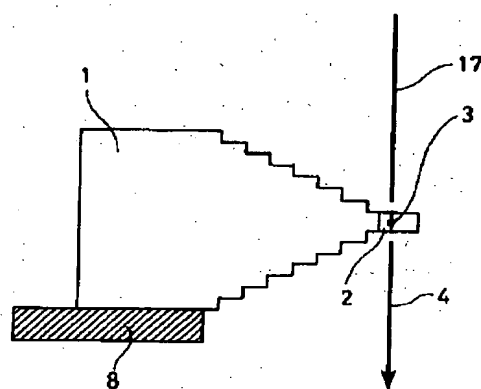
【図9】



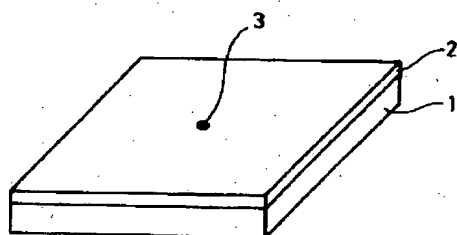
【図8】



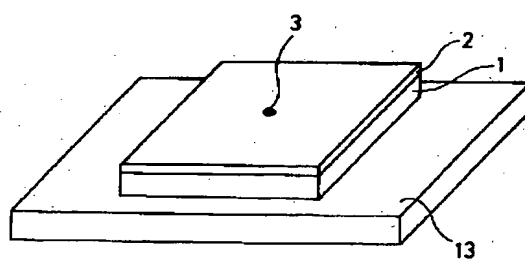
【図10】



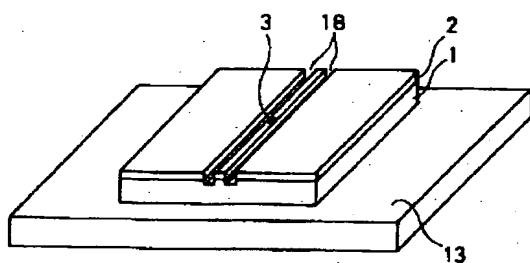
【図11】



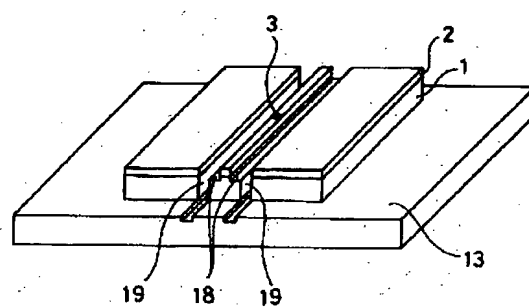
【図12】



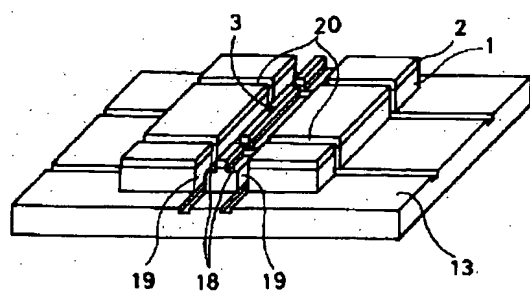
【図13】



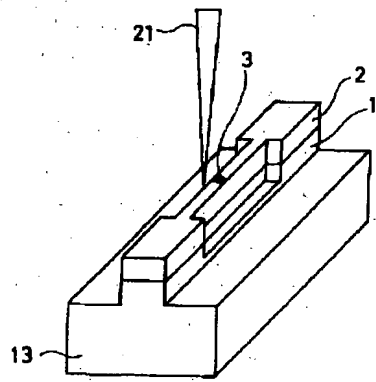
【図14】



【図15】



【図16】



【図17】

